

Будущее технологий высокочистых материалов в надежных руках профессионалов

А. Е. Крылова, О. А. Лаврентьева

Кафедра химии и технологии кристаллов РХТУ им. Д. И. Менделеева многие годы успешно ведет работу по подготовке специалистов для ведущих научных институтов и химических производств, которые занимаются выращиванием кристаллов. Объектами научных исследований являются диэлектрические и полупроводниковые кристаллы, среди которых лазерные, нелинейно-оптические, электрооптические и сцинтилляционные кристаллы, материалы для детектирования излучений и др. На кафедре разрабатываются технологии создания и изучаются свойства органических люминофоров, прозрачной наноструктурированной керамики и стеклокерамики, различных композитов, а также углеродных нановолокон и нанотрубок, ювелирных кристаллов и др. Об истории кафедры, сегодняшних успехах, достижениях и проблемах, а также о планах и перспективах рассказывает заведующий кафедрой, д.х.н., проф. Игорь Христофорович Аветисов.

От электровакуумных материалов – к наноматериалам

Потребность в специалистах в области материалов и приборов для отечественной электроники была осознана в СССР вскоре после окончания Великой Отечественной войны. В 1946 году было издано Постановление Правительства о создании кафедр с такой специализацией в МХТИ им. Д. И. Менделеева и в Ленинградском технологическом институте им. Ленсовета. Первый выпуск молодых специалистов в московском вузе состоялся уже два года спустя, в 1948 году.

Изначально кафедра, тесно связанная с оборонной промышленностью, значилась в МХТИ как кафедра № 5. Поскольку в те годы электронные приборы строились на вакуумных радиолампах, темы, посвященные изучению катодных материалов и неорганических люминофоров, определяли направление научно-исследовательской работы и ее первое название «Кафедра химической технологии электровакуумных материалов и приборов».

В 60-е годы появились новые перспективные направления исследований – фоточувствительные материалы и лазерные кристаллы. На кафедре, впервые в СССР, начали изучение явления

нестехиометрии в кристаллических материалах, ставшего своего рода визитной карточкой кафедры. В 70-е годы развитием направления, связанного с экспериментами по выращиванию монокристаллов в СССР, занялся Физический институт им. П. Н. Лебедева Академии наук (ФИАН), у которого возникла потребность в специалистах этого профиля. Кафедра готовила кадры сначала для этого академического института, а позднее и для ИОФАНа. Название кафедры было приведено в соответствие с новым направлением подготовки – «Кафедра химической технологии материалов квантовой электроники и электронных приборов». К началу 80-х годов были налажены прочные связи со всеми ведущими предприятиями электронной промышленности в СССР, на которых регулярно проходили практику студенты.

Все изменилось с началом 90-х годов, когда вскоре после распада Советского Союза прекратило существование Министерство электронной промышленности, финансировавшее исследовательскую работу на кафедре. Выжить в условиях практически полного отсутствия спроса на специалистов со стороны государства помогло судьбоносное решение об открытии новой специализации – «Технология ювелирных камней», вызвавшей всплеск интереса

у абитуриентов, а также очередное переименование кафедры. С 1995 года и по сей день она носит название «Кафедра химии и технологии кристаллов».

В конце 90-х заказчиком научных исследований выступило Министерство обороны России. Сотрудничество с этим ведомством позволило ученым существенно расширить тематику исследований и, в итоге, сохранить в эти непростые годы научно-педагогические кадры.

В 2000-х началось изучение свойств органических люминофоров, а чуть позже – разработка технологии их создания. Начиная с 2005 года научные сотрудники кафедры участвовали во всех проектах России, связанных с технологией OLED (англ. organic light-emitting diode, органический светодиод). Кроме того, стали актуальны работы сотрудников кафедры в области технологии тонких пленок, а также углеродных нановолокон и нанотрубок.

Всего за 70-летнюю историю кафедра подготовила для научно-исследовательских институтов и промышленных предприятий более 2800 дипломированных химиков-технологов.

Приоритеты сегодняшнего дня

В настоящий момент одним из приоритетов кафедры химии и технологии кристаллов РХТУ им. Д. И. Менделеева являются технологии высокочистых материалов, необходимых для выращивания кристаллов, а также для создания нового поколения приборов отображения информации. В этом ученым помогло государство, которое предоставило в их распоряжение мощный аналитический инструмент, позволяющий определять содержание примесей в материале на уровне пикограммов примесных атомов в одном грамме основного вещества. Это очень важно, поскольку современные технологии полупроводниковых приборов предъявляют новые сверхвысокие требования к примесной чистоте материалов для их изготовления.

С нашей точки зрения, у технологий получения элементов и их соединений с высокой химической и изотопной чистотой, летучих соединений металлов, оксидных, керамических и магнитных материалов, кварцевых световодов для фотоники и полупроводниковой техники большое будущее. В условиях ухудшения торговых отношений России с ведущими индустриальными державами развитие в нашей стране малотоннажной химии и ее продукции с высокими технологическими переделами становится вопросом национальной безопасности.

Научным и коммерческим организациям решить эту задачу самостоятельно не под силу, поскольку



Игорь Христофорович Аветисов

получение высокочистых материалов – совершенно нерентабельный процесс. К примеру, цена органического люминофора, который используется в технологиях OLED, в среднем составляет 200 тыс. долл. за 1 кг, а все общемировое потребление такого люминофора – 5–6 кг в год. То есть себестоимость материала очень высока, а объемы, в которых он востребован, очень невелики. И так по всем высокочистым материалам: они стоят дорого как с точки зрения разработки, так и с точки зрения производства, а потребности весьма скромные.

Однако научно-исследовательская организация и коммерческая компания могут объединиться, а потом разработать технологию и получать такое высокочистое вещество в рамках госконтракта. Государство имеет «дорожную» карту ее развития и регулярно заказывает кафедре химии и технологии кристаллов разработку новых высокочистых материалов.

Не так давно мы и наш партнер в лице коммерческой организации подали в Минпромторг России заявку на проект по организации малотоннажного производства высокочистых кислот. На кафедре будет разрабатываться технология, а партнер возьмет на себя организацию производства и поставки. После одобрения проекта у нас появилась дополнительная возможность сохранять высокий уровень зарплат для специалистов, которые занимаются

наработкой высокочистых веществ. Всего на кафедре сегодня работает 32 сотрудника, включая аспирантов. Как правило, синтезом высокочистых веществ занимаются либо кандидаты наук, либо аспиранты последнего года обучения.

Для того чтобы сохранять и обновлять коллектив, приходится диверсифицировать направления научно-исследовательской деятельности кафедры и проекты, в которых она участвует; постоянно искать новые темы. Так, в прошлом году мы подключились к Международному проекту DarkSide-20k.

Поиски частиц темной материи

Согласно гипотезе Фрица Цвикки, американского физика швейцарского происхождения, около 85% вещества во Вселенной сокрыто от глаз и представляет собой темную материю, – элементарные слабо взаимодействующие массивные частицы (WIMP). Для проверки предположения, сделанного этим ученым еще в 1933 году, в наши дни создана Международная коллаборация, объединяющая около 50 университетов и других научных организаций из разных стран.

Для поиска и определения частиц темной материи в подземной лаборатории Гран-Сассо (Италия), в толще скальной породы, будет размещена экспериментальная установка с камерой, заполненной жидким аргон-40 и заключенной в защитную оболочку, выполненную из специального ультранизкофонового материала. Содержание урана и тория в нем должно быть не более одного атома на триллион атомов матрицы, что в 10 тыс. раз меньше, чем урана и тория в питьевой воде.

В качестве материала матрицы мы предложили использовать органическое стекло (полиметилметакрилат), легированное ядрами гадолиния, и разработали технологию производства этого редкоземельного металла с минимальными примесями урана и тория. Таким образом, были получены опытные образцы, уже сейчас удовлетворяющие всем требованиям по чистоте и остаточному радиационному фону, которые были выдвинуты в рамках проекта DarkSide-20k. В настоящее время обсуждается вопрос производства этого гибридного материала в объеме 12 т.

Одновременно идет проработка конструкции самой камеры детектора. Мы предлагаем сделать ее из низкофонового титана, по синтезу которого кафедра на протяжении семи лет ведет нефинансируемые исследования совместно с НИЯФ МГУ и БелГУ. Получать такой материал нужно будет в очень чистых условиях.

Инструментарий исследователей

С успехом решить сложнейшую задачу по созданию ультранизкофонового материала, не имевшую теоретического обоснования, сотрудникам кафедры химии и технологии кристаллов РХТУ им. Д.И. Менделеева помогло высокотехнологичное аналитическое оборудование. На сегодняшний день в распоряжении ее аспирантов и сотрудников девять научных лабораторий, оснащенных современными аналитическими приборами.

В лаборатории спектральных методов исследования проводится анализ примесного состава и анализ люминесцентных характеристик различных соединений и материалов. Вот почему в ней так много специализированных спектральных приборов. Многие из них использовались при разработке ультранизкофонового материала для защиты детектора темной материи в проекте DarkSide-20k.

Прежде всего, это масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС). Его основная область применения – анализ примесного состава жидких образцов. В прибор загружаются жидкие пробы, после чего жидкость переводится в плазменное состояние и анализируется.





При этом, поскольку газообразующие примеси (кислород, водород, азот, углерод) ИСП масс-спектрометром не детектируются, для их анализа задействуется вторичный ионный масс-спектрометр.

Здесь же располагается ИК-фурье-спектрометр Tensor 27, который используется для исследования органических материалов, в частности для анализа ОН-групп методом инфракрасной спектроскопии.

Еще один спектральный аналитический прибор – спектрофлуориметр HORIBA Fluorolog – позволяет измерять спектры люминесценции и кинетику затухания люминесценции.

Наряду с высококласным аналитическим оборудованием на кафедре химии и технологии кристаллов разрабатываются и производятся установки, позволяющие реализовать ту или иную технологию синтеза высокочистых материалов. Поскольку это оборудование штучное, специалисты делают его сами, исходя из задач конкретного проекта.

Предмет гордости научных сотрудников кафедры – электронный микроскоп VEGA с рентгенофлуоресцентным анализатором Oxford Instruments (Tescan) – установлен в лаборатории неорганических

полупроводников. Он используется для анализа структуры и элементного состава различных материалов. А с помощью этого микроскопа и лазерного наносайзера, определяется состав и распределение порошковых частиц по размерам – от 10 нм до 2 мм.

Для фазового анализа состава различных проб здесь имеется рентгеновский дифрактометр EQUINOX с высокотемпературной приставкой. Этот прибор отличается быстродействием: позволяет снять дифрактограмму образца за 20 с.

Самая ответственная процедура в лаборатории – вскрытие, или растворение пробы. Для того

чтобы проанализировать высокочистое вещество, его нужно перевести в растворенное состояние. При этом растворители, которые используются в этом процессе, тоже должны быть высокочистыми. Таковых в природе немного: минеральные кислоты HF, HCl, HNO₃, H₂SO₄ и, в отдельных случаях, аммиак.

В процессе пробоподготовки используется особо чистая вода (10⁻¹⁰ г/г). Для ее получения можно воспользоваться разработанной в Южной Корее установкой, а можно – установкой поверхностной дистилляции воды, сконструированной на кафедре.





Она позволяет получать воду с примесной чистотой 10^{-9} г/г.

Для растворения пробы используется автоклав, выполненный из модифицированного тефлона высокого давления, PTFE. Он помещается в систему микроволнового разложения, где под воздействием СВЧ-излучения проба нагревается и растворяется.

Кроме того, мы можем вскрыть пробу высокочистого вещества методом термического автоклавирования. Для этого в лаборатории есть стальные автоклавы с вкладышами из PTFE, в которых достигаются и более высокие температуры, и более высокие давления (до 200 атмосфер). И этот метод успешно используется нами при определении примесного состава монокристаллического карбида кремния, в рамках уникальной процедуры растворения, разработанной на нашей кафедре.

Мы не аналитики, а технологи

Богатые аналитические возможности оборудования используются кафедрой для разработки технологических процессов. Так, к примеру, исследование новых органических и металлоорганических соединений, в том числе с редкоземельными элементами и оптимизированными лигандами, проводилось нами для создания нового поколения светоизлучающих устройств на основе композитных наноматериалов.

Еще одна наша разработка, в которой был задействован парк нашего аналитического оборудования – не имеющая аналогов в мире технология синтеза высокочистого оксида молибдена (VI)

с контролируемым отклонением от стехиометрии. Из его раствора в расплаве выращиваются высококачественные нелинейно-оптические кристаллы трибората лития с повышенной долговечностью и энергетической стойкостью для генерации третьей и четвертой гармоник в лазерных системах высокой мощности.

Помимо высокоточных приборов, для создания уникальных технологий требуется особая инфраструктура, особые условия в лабораторных помещениях, обеспечивающие чистоту при вскрытии проб. Для этого нужны не только высокочистые растворители – кислоты, которых в России не хватает, но и соот-

ветствующая требованиям чистоты лабораторная посуда, например, кварцевая или тефлоновая. Сами по себе, даже самые современные приборы, решают далеко не все.

Вектор развития

На сегодняшний день в России силами ИХВВ РАН, ОАО «ГИРЕДМЕТ», НИЦ «Курчатовский институт» – ИРЕА, ИМЕТ РАН, ИНХ СО РАН уже разработаны и применяются методы анализа, которые обеспечивают сертификацию высокочистых веществ и материалов для нужд электроники и фотоники.

В планах кафедры химии и технологии кристаллов продумать и предложить государству систему сертификации высокочистых веществ и материалов, единую для российских и зарубежных поставщиков, а впоследствии организовать на ее основе Национальную аналитическую сертификационную лабораторию (НАСЛ), аналогичную PNNL в США. В задачи этой исследовательской организации должен входить контроль всех высокочистых материалов, произведенных в России и за ее пределами, на соответствие заявленным параметрам и характеристикам.

Участие химиков-технологов мирового уровня из числа сотрудников кафедры, вооруженных высокоточным аналитическим оборудованием и имеющих постоянный доступ к научно-исследовательской инфраструктуре, гарантирует отечественной системе сертификации универсальность и позволит привести к единым стандартам все высокочистые вещества на российском рынке. ■

19-21
ОКТАБРЯ
2021

ПРИ ПОДДЕРЖКЕ:



ПОД ЭГИДОЙ РОССИЙСКОГО ДИАГНОСТИЧЕСКОГО САММИТА

МОСКВА, КРОКУС ЭКСПО, ПАВИЛЬОН 1



РОССИЙСКИЙ
КОНГРЕСС
ЛАБОРАТОРНОЙ
МЕДИЦИНЫ

МЕЖДУНАРОДНАЯ
ВЫСТАВКА
**ЛАБОРАТОРНЫЙ
ГОРОД**

>110

НАУЧНЫХ
СЕКЦИЙ

>450

ДОКЛАДЧИКОВ

>160

КОМПАНИЙ -
ЭКСПОНЕНТОВ

>9500

УЧАСТНИКОВ
КОНГРЕССА



ОРГКОМИТЕТ
+7 (968) 086-95-53
congress@fedlab.ru
www.congress.fedlab.ru